

образовавшийся осадок, промыли 5 мл абс. ацетонитрила, сушили при 5 мм рт. ст. и 22°C 5 ч. Получено 1,60 г (84 %) дибромида 1,8-бис(N-амино-N,N-диметиламмоний)-3,6-диоксаоктана **5**, бесцветные кристаллы, т.пл. 160 – 162°C. Масс-спектр (FAB, m/z(I_{отн.} в %): 317 [M²⁺+Br]⁺ (95), 315 [M²⁺+Br]⁺ (100), 236 (19), 222 (52). Спектр ЯМР ¹H (400 МГц, (CD₃)₂SO, σ, м.д.): 3,369 (с, 12H, N⁺Me₂), 3,663 (с, 4H, OCH₂CH₂O), 3,72 – 3,82 (м, 4H, OCH₂CH₂N⁺), 3,90 – 3,98 (м, 4H, OCH₂CH₂N⁺), 6,22 (с, 4H, NH₂). Найдено, %: Br 39,98. C₁₀H₂₈Br₂N₄O₂. Вычислено, %: Br 40,34.

Список литературы: 1. Штамбург В.Г., Скобелев О.Л., Гринев В.М., Дмитренко А.А. Плешкова А.П., Притыкин Л.М. Синтез и использование α,ω-бис(N,N-диалкиламино)олигооксаалканов и их аналогов как катализаторов фазового переноса для получения триалкилортоформиатов в гетерогенных системах. // Журн. Орган. Хим. -1995. – т.31, № 3. – С.660 – 664. 2. Притыкин Л.М., Штамбург В.Г. Дмитренко А.А., Гринев В.М., Скобелев О.Л. Получение триалкилортоформиатов из хлороформа и спиртов в условиях меж фазного катализа. // Доп. НАН України. – 1995. - № 7. – С. 114 – 117. 3. Штамбург В.Г., Скобелев О.Л., Козак И.Ю., Гринев В.М., Дмитренко А.А., Омельницький В.Л. Способ получения триэтилортоформиата. // Авт. св. СССР № 1781203 (1990). Оpubл. в Б.И. -1992. - № 46. 4. Alvarez-Bailla J., Vaquero J.J., Navio J.L.G., Cabello J.F., Sankes C., Fau de Casa-Juane M., Dorrego F., Santos L. 1,5-Bis(N-benzyl-N,N-diethylammonium)diethylether dichloride (BBDE Cl). A novel bis-ammonium salt as phase transfer catalyst. // Tetrahedron. – 1990. – V. 46, N 3. – P. 967 – 978.

Поступила в редколлегию 05.04.2012

УДК 667

С.О.ПЕТРОВ, викладач-стажист, НТУ «ХПІ», Харків,
В.Б.ДИСТАНОВ, канд. хім. наук, доцент, НТУ «ХПІ», Харків,
А.Г.БЄЛОБРОВ, канд. техн. наук, професор, НТУ «ХПІ», Харків

ОПТИМІЗАЦІЯ УМОВ СИНТЕЗУ ПОХІДНИХ ОКСАЗОЛОНІВ

У статті надані дані дослідження впливу температурного режиму та часу перебігу реакції на вихід похідних оксазол-5-онів, що можуть бути застосовані в якості флуоресцентних барвників для поліефірних матеріалів. Встановлено залежність виходу кінцевого продукту від температури та часу реакції. Розраховано рівняння, яке описує залежність виходу біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетеніл]-9Н-оксазоло[5,4-*b*][1,5]-бен-зодіазепіну від температурного режиму та часу перебігу реакції.

В статье представлены данные исследования влияния температурного режима и времени протекания реакции на выход производных оксазол-5-онов, которые могут быть применены в качестве флуоресцентных красителей для полиэфирных материалов. Установлена зависимость выхода конечного продукта от температуры и времени реакции. Рассчитано уравнение, описывающее зависимость выхода от температурного режима и времени протекания реакции.

The article provided data investigation of temperature and time course of the reaction to yield derivatives of oxazole-5-ones that can be used as fluorescent dyes for polyester materials. The dependence of the output of the final product of temperature and reaction time. Calculated equation describing the dependence of output of temperature and time course of the reaction.

Асортимент флуоресцентних барвників для поліефірних матеріалів дуже обмежений. Для цього застосування може бути використаний порівняно вузький круг барвників, що мають поруч з великою яскравістю і термостійкістю, тому що забарвлення ведеться при порівняно високій температурі [1]. У зв'язку з цим пошук нових люмінофорів для забарвлення лавсану є дуже актуальним.

Нами було отримано 14 похідних моно- та бісоксазолонів (Рис. 1), дані про які у літературних джерелах нами не виявлені[2].

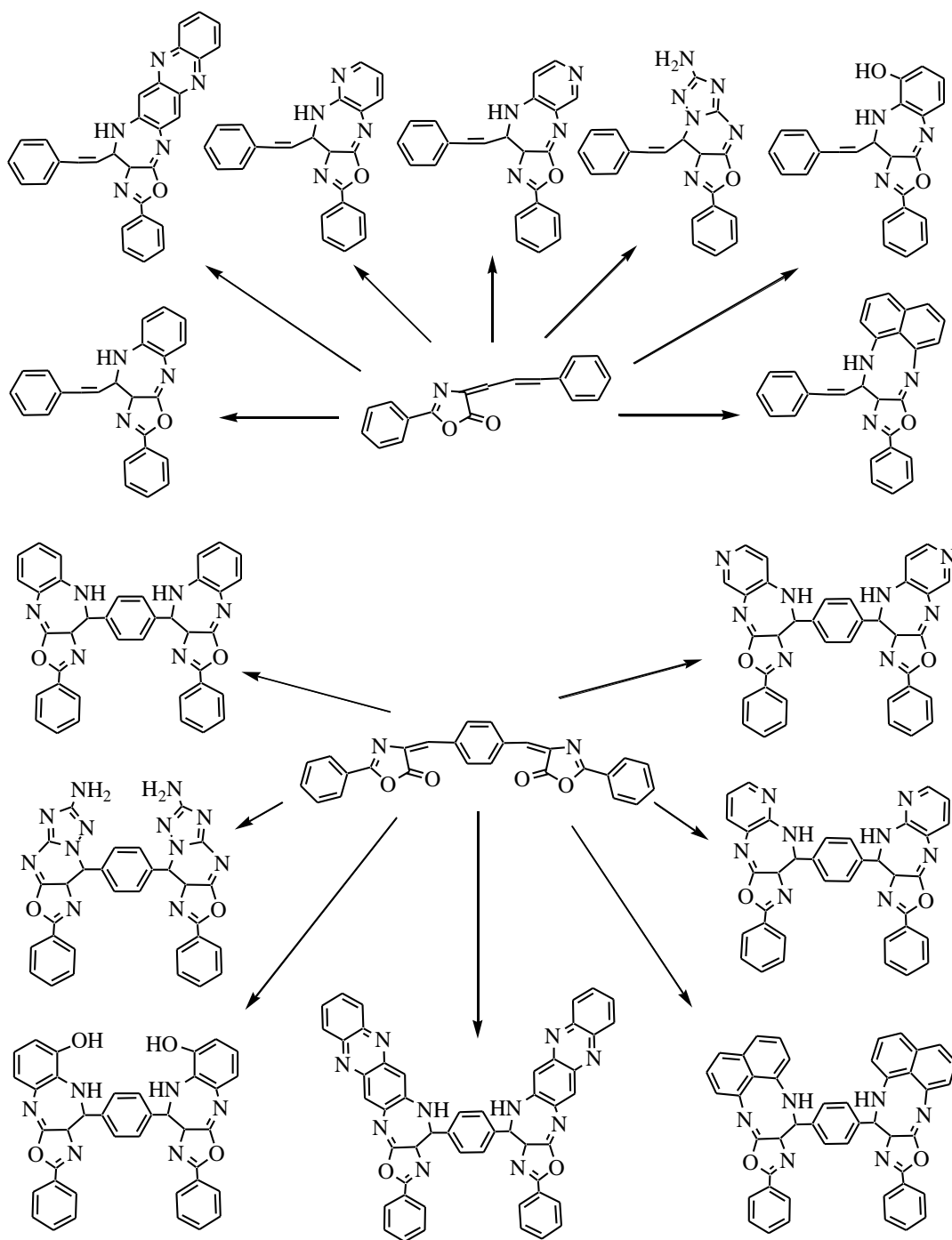


Рис.1 Похідні моно та бісоксазолонів

Отримані сполуки флуоресціюють у жовто-зеленій області спектру ($\lambda_{\text{макс.}}$ флуоресценції в толуолі 440-550 нм, абсолютний квантовий вихід $\eta=0,1-0,3$).

Сполуки легко розчиняються в органічних розчинниках, мають люмінесценцію у розчинниках різної полярності, причому з посиленням полярних властивостей розчинника інтенсивність люмінесценції збільшується. При цьому спектр люмінесценції отриманих речовин значно зсувається у довгохвильову область відносно вихідних продуктів [3]. Ця властивість речовин, що пропонуються, дозволяє забарвлювати різні види полімерних волокон в кольори, що мають інтенсивну люмінесценцію в широкому спектральному діапазоні довжин хвиль.

Синтез похідних оксазолону здійснювався за реакцією ароматичних ненасичених кетонів з о-діаминами, що характеризується різноманіттям напрямків формування нового гетероциклу, що призводить до різних, часом несподіваних, структур.

Відомо, що на механізм цієї реакції значний вплив чинить температурний режим. У зв'язку з цим нами було вирішено дослідити вплив температурного режиму та часу перебігу реакції на вихід кінцевих продуктів [4].

Для вирішення поставленої задачі нами були проведені додаткові дослідження. В якості моделі нами було обрано синтез біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетенил]-9Н-оксазоло[5,4-*b*][1,5]-бензодіазепіну (Рис. 2).

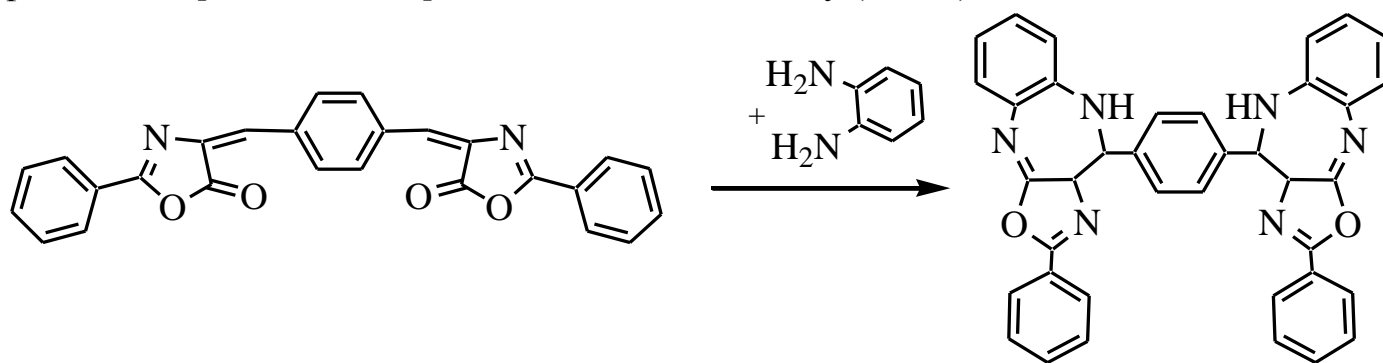


Рис. 2. Схема синтезу біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетенил]-9Н-оксазоло[5,4-*b*][1,5]-бензодіазепіну

В результаті досліджень були отримані експериментальні дані залежності виходу біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетенил]-9Н-оксазоло[5,4-*b*][1,5]-бензодіазепіну від температури та часу перебігу реакції (Таблиця).

На основі отриманих даних, за допомогою спеціалізованого статистичного пакету «Statistica» було розраховано рівняння реакції (1) та побудовано поверхневий графік (Рис.3), що описують залежність виходу біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетенил]-9Н-оксазоло[5,4-*b*][1,5]-бензодіазепіну від температури та часу перебігу реакції:

$$y = 1,9754 + 0,1463 \cdot x_1 + 0,0213 \cdot x_2 - 0,0041 \cdot x_1^2 - 5 \cdot x_1 \cdot x_2 - 5 \cdot x_2^2 \quad (1)$$

де y – вихід продукту; x_1 – температура; x_2 – час перебігу реакції.

Таблиця. Експериментальні данні

Час, ч	T, °C	Вихід
10	65	5.00%
10	87	17.00%
10	109	30.00%
10	131	49.00%
10	153	49.00%
14	65	20.00%
14	87	34.00%
14	109	56.00%
14	131	78.00%
14	153	77.00%
17	65	20.00%
17	87	45.00%
17	109	70.00%
17	131	85.00%
17	153	80.00%
20	65	25.00%
20	87	51.00%
20	109	72.00%
20	131	85.00%
20	153	75.00%

Як видно з рисунку 3, на поверхні відгуку область максимуму відповідає значенню T 130-145°C та часу перебігу реакції 15-18 годин. Отже, нами встановлено кількісну залежність виходу біс-2-феніл-10-[(E)-2-фенілетенил]-9Н-оксазоло[5,4-b][1,5]-бен-зодіазепіну від температури та часу перебігу реакції.

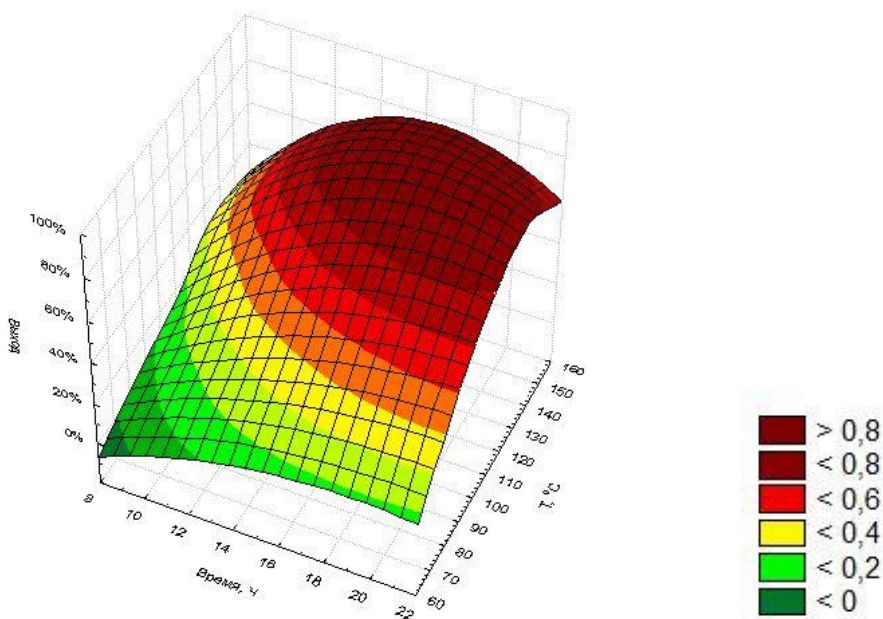


Рис. 3. Графік залежності виходу від температурного режиму та часу перебігу реакції.

Висновки. В результаті роботи було досліджено вплив температурного режиму та часу перебігу реакції на вихід кінцевих продуктів. Встановлено залежність виходу кінцевого продукту від температури та часу реакції. Розраховано рівняння, яке описує залежність виходу біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетенил]-9Н-оксазол[5,4-*b*][1,5]-бен-зодіазепіну від температурного режиму та часу перебігу реакції. Отримані математичні залежності доцільно використовувати при розрахунку матеріального та теплового балансів синтезу біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетенил]-9Н-оксазол[5,4-*b*][1,5]-бензодіазепіну.

Список літератури: 1. Красовицкий Б.М., Болотин Б.М. Органические люминофоры. М.: Химия, 1984. 336 с. 2. Петров С.О., Дістанов В.Б., Белобров А.Г. Синтез та дослідження люмінофорів, похідних 2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-ону – Харків, Вісник Національного технічного університету «ХПІ», 2011, №31 – с. 44-53. 3. Патент UA 67547 А, дата публікації 15.06.2004. 4. Десенко С.М., Орлов В.Д. Азагетероциклы на основе ароматических непредельных кетонов. Харьков: Фолио. – 148 с.

Поступила в редколлегию 05.04.2012

УДК 669.017.16+669.15-198+658.597

О.А. ГЛОТКА, канд. техн. наук, ст. викл., ЗНТУ, Запоріжжя,
А.Д. КОВАЛЬ, докт. техн. наук, проф., ЗНТУ, Запоріжжя,
В.Л. ГРЕШТА, канд. техн. наук, доц., ЗНТУ, Запоріжжя

ПОРІВНЯЛЬНИЙ АНАЛІЗ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СТАНУ ФЕРОВОЛЬФРАМУ ТА БРУХТУ СИСТЕМИ W-Ni-Fe

Виконано аналіз структурно-фазового стану феровольфраму марки ФВ 80 та брукту системи W-Ni-Fe. Встановлена подібність в морфології структурних складових сплавів, однак в брукті майже відсутні перехідні області. Висунуто рекомендації по заміні феровольфраму бруктом для деяких спеціальних матеріалів.

Ключові слова: структурно-фазовий стан, феровольфрам, брукт системи W-Ni-Fe, спеціальні матеріали.

Сделан анализ структурно-фазового состояния ферровольфрама марки ФВ 80 и лома системы W-Ni-Fe. Установлена схожесть в морфологии структурных составляющих сплавов, однако в ломе почти отсутствуют переходные области. Приведены рекомендации по замене ферровольфрама ломом для некоторых специальных материалов.

Ключевые слова: структурно-фазовое состояние, ферровольфрам, лом системы W-Ni-Fe, специальные материалы.

The analysis of a structural and phase fortune ferrotungsten FV 80 brand and a W-Ni-Fe system breakage is made. Similarity in morphology of structural components of alloys is established; however in a breakage almost there are no transitional areas. Recommendations about replacement ferrotungsten by a breakage for some special materials are put out.

Keywords: structural-phase condition, ferrotungsten, system breakage W-Ni-Fe, special materials.

Вступ. В останні роки потреба в спеціальних матеріалах у світі значно зросла. Україна не є винятком, оскільки виробництво складних наукоємних виробів потребує нових видів сталей і сплавів, з підвищеними властивостям, що досягається використанням складної композиції легувальних елементів.